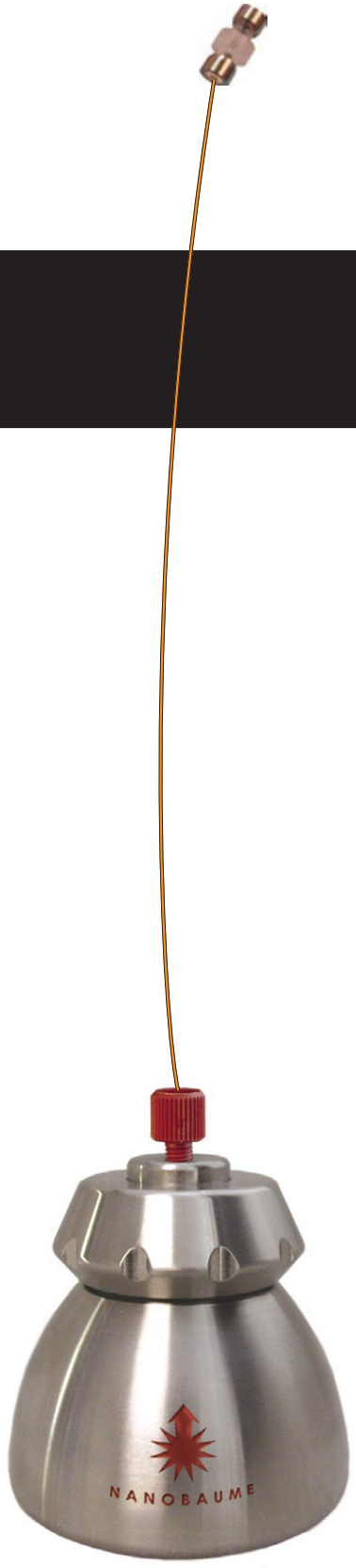
NANOBAUME™

SP-400/SP-403K NANOBAUME
取扱説明書



Nanobaume™ は Western Fluids Engineering&Mfg 社の登録商標です。

Inconel® は Inco Alloys International 社の登録商標です。

Kel-F® は 3M 社の登録商標です。PEEKsil™ は SGE International Pty 社の登録商標です。

PEEK™ ポリマーは VictrexP LC 社の登録商標です。

PolySULFOETHYL A、PolyCAT A、PolyHYDROXYETHYL A、PolyPROPYL A は PolyLC 社の登録商標です。

Teflon® および Tefzel® はデュポン社の登録商標です。

SP-400/403K NANOBAUME 取扱説明書

■ SP-400/403K Nanobaume™ の使用および組立て方法

外径 1/16 インチ以下のマイクロカラムやキャピラリーカラムにカラム樹脂を充填する際にご利用ください。コンパクトな形状で確実に密閉でき、9000 psi まで使用することが可能です。

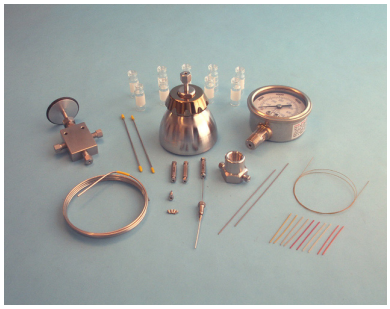
SP-400 には下記のパーツが付属しています。

パーツ番号	画像	詳細
SP-013	G	1/32OD インチカラム用 PEEK フェラル（2 個）
SP-014	F	10-32 ステンレスナット
SP-015	H	360 µm OD カラム用 KEL-F® フェラル（2 個）
SP-300-03	L	INCONEL® スプリング付 ETFE スタティック O− リング
SP-085	K	5 mm × 2 mm PTFE 攪拌バー
SP-098	J	VITON スタティック低圧 O− リング
SP-400-01	A	316 ステンレスキャップロック（窒化チタンコーティング）
SP-400-02	B	316 ステンレスキャップシール
SP-400-05	C	316 ステンレスパッカー本体
SP-051	E	1/16 インチ OD チュービング用 316 ステンレスポートアダプター
VL-002	D	12 mm × 32 mm 2 mL ホウケイ酸ガラスバイアル

SP-403K には上記の SP-400 パーツ以外に下表のパーツが付属しています。

パーツ番号	画像	詳細
SP-087	O	316 ステンレス圧力ゲージ 0 ～ 10000 PSI
SP-046	P	0.020 インチ ID × 1/16 インチ OD 約 10 cm 316 ステンレスチュービング（2 本）
SP-050	M	ボトムベント付き 3−way シャットオフバルブ
SP-055	N	0.020 インチ ID × 1/16 インチ OD 約 1.5 m 316 ステンレスチュービング
SP-058	Q	1/16 インチ OD チュービング用圧力ゲージティー
VL-002X	R	12 mm × 32 mm 2 mL ホウケイ酸ガラスバイアル（10 個）
CE-005	S	高圧充填用アダプターキット
CE-003	S1	高圧カラム用エンドフィッティング（2 個）
CE-004	S5	Nanobaume に接続する高圧カラム（SP-094 高圧プラグを付属）
SP-010	S8	100 µm ID × 360 µm OD 不活化フューズドシリカカラム(0.5 m)
SP-044	S6	150 µm ID × 100 mm 1/32 インチ PEEKSIL® カラム（2 ）
SP-088	S3	0.5 µm ステンレスフリット（4 個）
SP-092	S2	1/32 インチステンレスフェラル（4 個）
TS-015	S7	125 ～ 165µm 150 ～ 190µm 225 ～ 265µm 325 ～ 365µm 455 ～ 495µmOD 用のアダプターを 2 個づつ付属したフューズドシリカアダプターキット

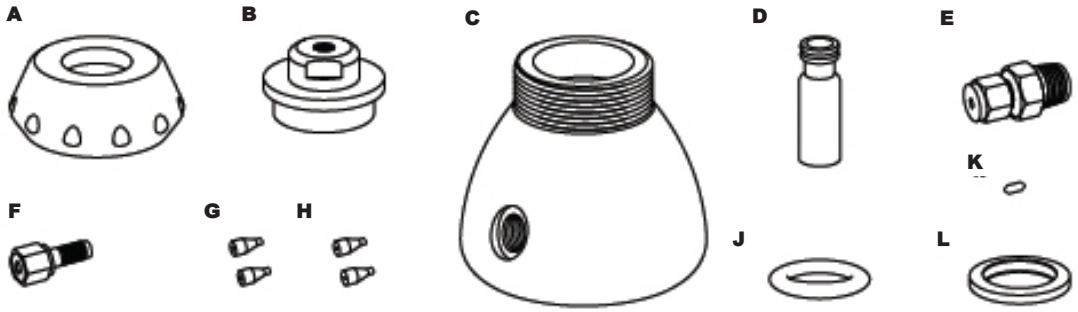
SP-400 Nanobaume™ アッセンブリー



SP-403K Nanobaume™ スタートアップキット

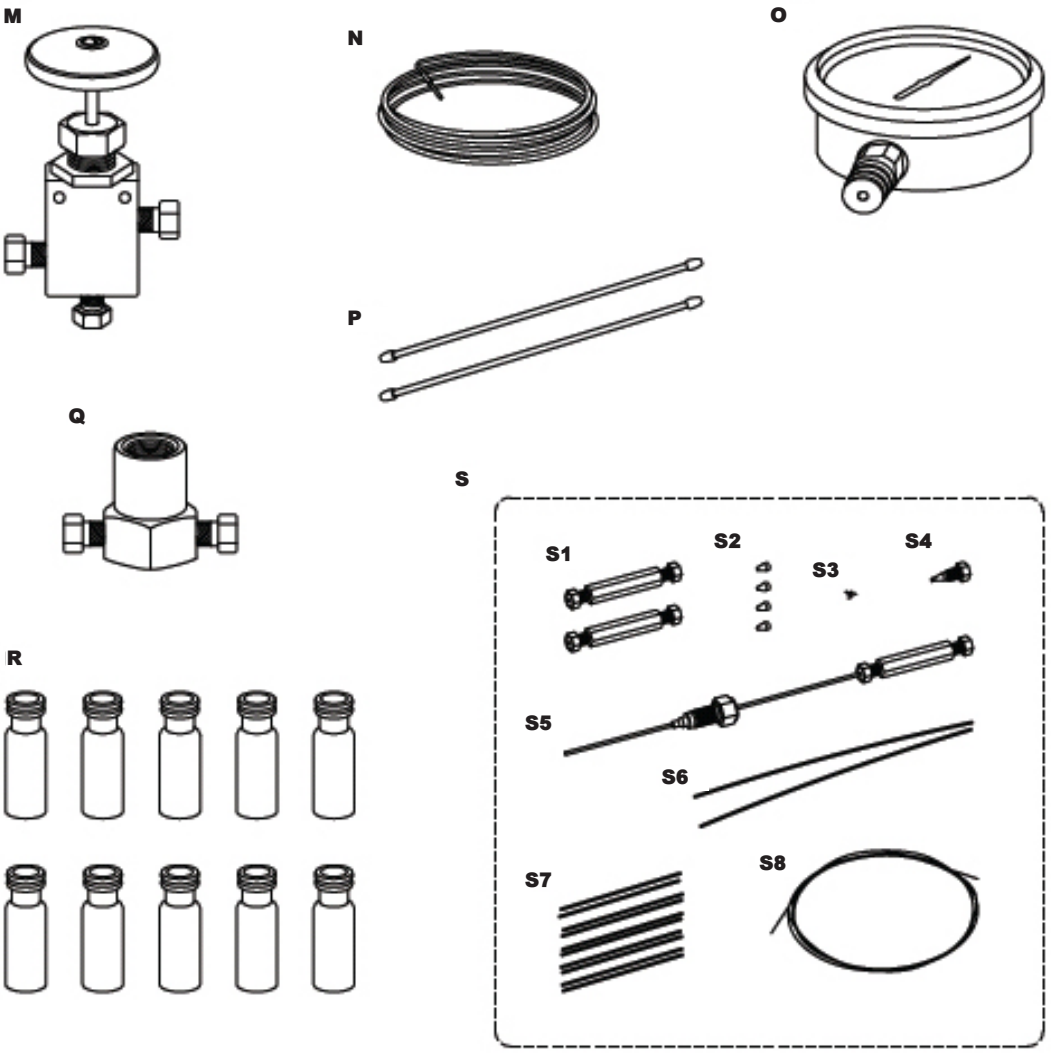
＊液体を充填する場合の圧力限界は 9000psig です。SP-400 に付属の Nanobaume に取り付けるフェラルと SP-014 ナットの圧力限界は 6000psig です。SP-403K には CE-005 高圧カラム用コネクションキット（9000psig）を付属しています。

SP-400 と 403K のパーツ



A	SP-400-01
B	SP-400-02
C	SP-400-05
D	VL-002
E	SP-051
F	SP-014
G	SP-013
H	SP-015
J	SP-098
K	SP-085
L	SP-300-03

A から K のパーツは、SP-400 Nanobaume の基本ユニットに付属しています。SP-403K スタートアップキットには、これらのパーツ（A から K）と下記の充填用パーツ（L から Z）が付属しています。



M	SP-050
N	SP-055
O	SP-087
P	SP-046
Q	SP-058
R	VL-002X
S	CE-005
S1	CE-003
S2	SP-092
S3	SP-088
S4	SP-094
S5	CE-004
S6	SP-044
S7	TS-015
S8	SP-010

NANOBAUME™ 組立てとカラム充填

1　概 要

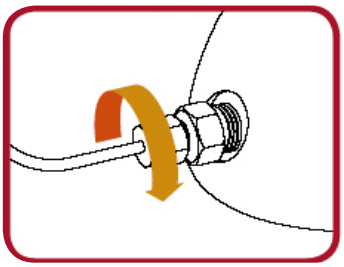


図 3-2 SP-051 の接続

1.1 Nanobaume™ は、充填剤をキャピラリーカラムに高圧で充填するよう設計された、コンパクトなステンレス製の装置です。本装置は簡単に組み立てることができるようになってます。SP-400、SP-403K の両キットには、外径 1/32 インチと 360µm のカラム専用のコネクションが付属されていますが、本装置はより小さな径や最大で外径 1/16 インチ径カラムに対応するようになっています（アダプターが必要です）。スプレーチップに使用していただくことも可能です。装置に使用している素材は Kel-F®、PEEK、316 ステンレス、304 ステンレス、ホウケイ酸ガラス、ETFE、Inconel® です。本装置は 2mL のサンプルバイアル用を使用して充填剤をキャピラリーカラムに充填します。

2　製品の安全性と注意点

2.1 本装置で超臨界流体を製造しないでください。また、ガスを使用しないでください。使用する際には、表記している圧を超えないようにしてください（液体：9000psi まで）。また必ず適所で防護壁を用いて使用してください。何らかの原因で接続が緩むことがあると、加圧中にキャピラリーが飛び出す可能性があります。液体を充填する場合は、まず Nanobaume の内部と空のカラムを液体で満たし空気を除きます。

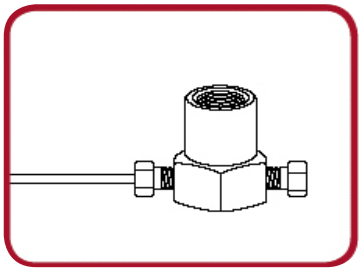


図 3-3 ゲージティーの接続

2.2 キャップロックをカラムパッカー本体に、締めすぎないように手締めします。キャップロックを締めすぎると、本体とキャップロック両者のステンレス表面が摩耗することになります。ETFE 製の O- リングは高圧下で膨張することにより密閉するのであって、キャップロックを固く締めることで密閉するのではありません。キャップシール（SP-400-02）の密閉面や、O- リング（SP-300-03）との密閉面にキズやくぼみがあると密閉力が低下します。本装置は 316 ステンレス製で、O- リングは ETFE 製であるため、エーテルや高濃度の酸の使用は避けてください。充填時に低濃度であっても侵食性の溶媒を使用した場合は、使用後に弱溶剤で装置を洗浄するようにしてください。

3　加圧ポンプとの接続

注： 下記の記載事項は SP-400K スタートアップキットに同梱されているパーツに関する説明です。SP-400 標準ユニットをお持ちのお客様は記載のパーツを別途購入していただけます。

3.1 SP-400 を梱包容器から取り出します。

3.2 SP-051 ポートアダプターにテフロンテープを 3、4 回巻きつけ、ポートアダプターをカラムパッカー本体のサイドポート（SP-400-05）に取り付け、レンチでしっかりと締めます（図 3.2 を参照）。

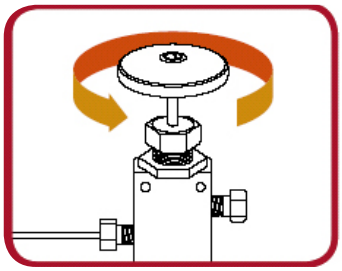


図 3-5 バイパスを開く

3.3 外径 1/16 インチのステンレスチュービングで、SP-051 ポートアダプターを SP-058 ゲージティーに接続します。手締めした後レンチで 1 回転以上締めてください（図 3.3 を参照）。

3.4 SP-087 圧力ゲージの接続部分にテフロンテープを 3、4 回巻き、SP-058 ゲージティーを装着してレンチで締めます。取り付けた圧力ゲージの使用範囲は 0 ～ 10,000 psi であることに注意してください。

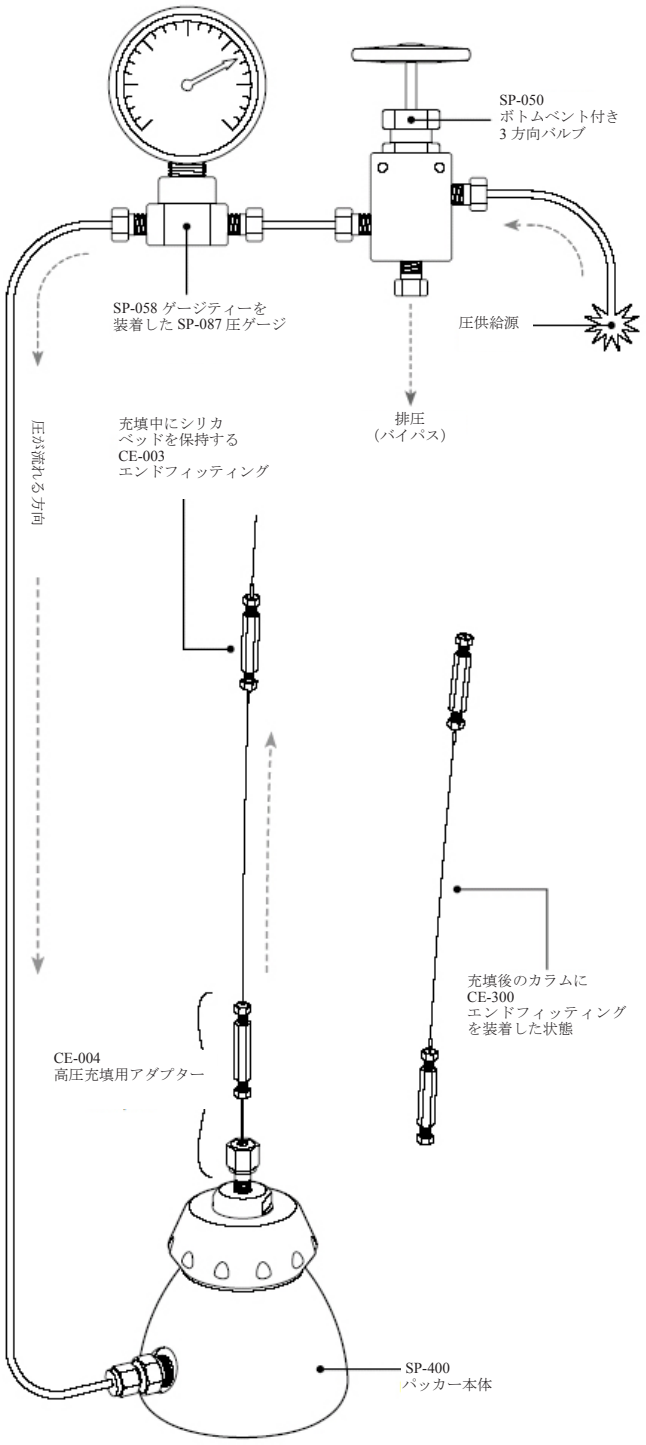
3.5 SP-058 ゲージティーに SP-050 3-way シャットオフバルブを取り付けます。このバルブを使用すると、カラムの充填が終わった後の減圧が簡単に行なえます。バイパスは開けておきます（図 3.5 を参照）。

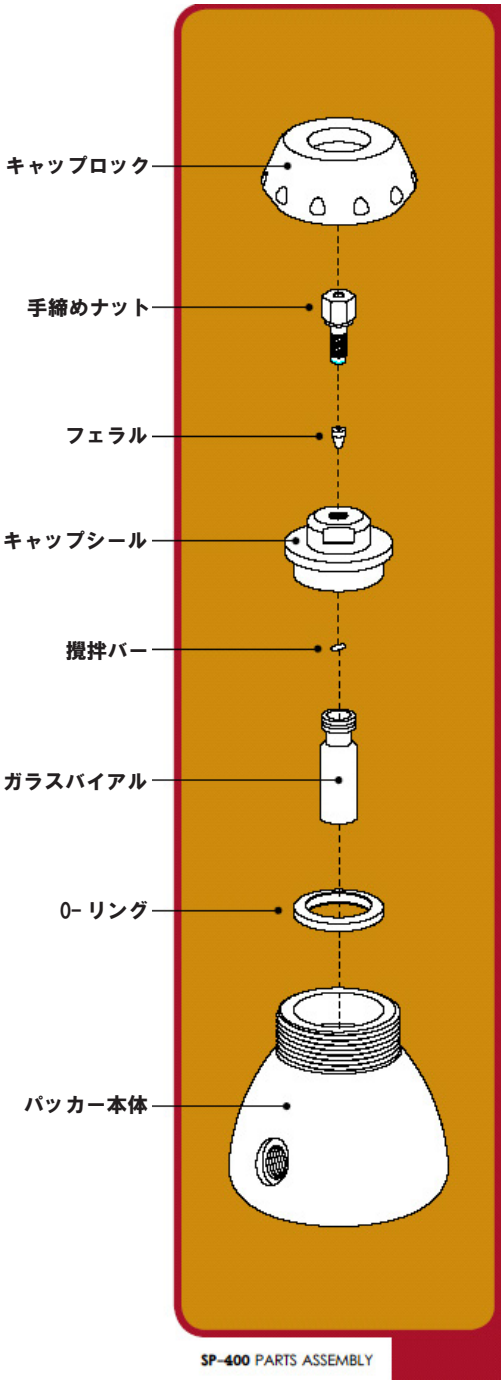
3.6 ステンレスチュービングで、SP-050 3-way シャットオフバルブと加圧ポンプを繋ぎます（加圧ポンプがオフになっていることを確認してください）。HPLC ポンプを使用している場合は、外径 1/16 インチ高圧ラインに直接接続してください。

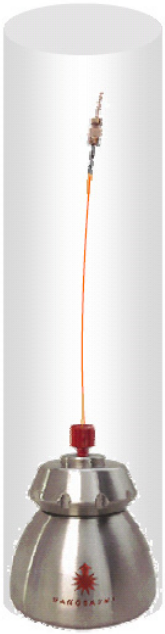
4　カラムの取り付け

4.1 フューズドシリカカラムをお使いになる場合は、専用のカッターで必要な長さに切断してください（別売りのプレシジョンカッター SP-019 を使うと、切断面が不均一にならずきれいに切断することができます）。

4.2 カラムの出口はエンドフィッティングでしっかりと閉じてください（スプレーチップを使用する場合には不要です）。**CE-003 エンドフィッティングの取り付け方法に関しては、9-1 をご覧ください。**


SP-050
ボトムベント付き
3 方向バルブ
SP-058 ゲージティーを
装着した SP-087 圧ゲージ
圧供給源
排圧
（バイパス）
充填中にシリカ
ベッドを保持する
CE-003
エンドフィッティング
圧が流れる方向
充填後のカラムに
CE-300
エンドフィッティング
を装着した状態
CE-004
高圧充填用アダプター
SP-400
パッカー本体


キャップロック
手締めナット
フェラル
キャップシール
攪拌バー
ガラスバイアル
0- リング
パッカー本体
SP-400 PARTS ASSEMBLY



保護カバー

5　スラリーの処理

5.1　今現在の時点ではキャピラリーカラムの充填は未だ試験的なものです。充填に最適な溶媒を見つけるために様々な溶媒を試すことが必要になる場合もあります。

5.2　バルク充填剤 100 mg を 2ml 試験管（VL-002）に入れ、適した溶媒 1.5 mL 添加します（順相にはヘキサン、逆相にはプロパノール、イオン交換には水を使用）。テフロン製撹拌バー SP-085 をその中に加えます。

5.3　バイアルをマグネティックスターラーの上に置きます。スラリーを 5 分間撹拌するか、固定相と溶媒が十分になじむまで撹拌します。充填剤を別の容器で撹拌してからバイアルに充填し、使用することも可能です。固定相がなじんだらバイアルをパッカー本体に入れます。

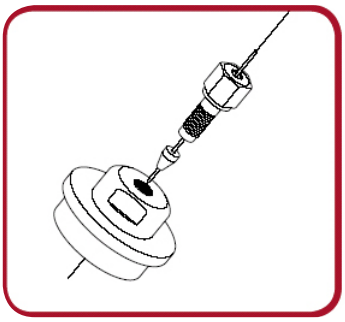


図 6.3 カラムをキャップシールに取り付ける

6　カラムをナノボームに装着する

6.1　殆どの場合、外径が 1/16 インチ以下のカラムやチュービングは、適切なアダプターを使用すればナノボームに取り付けることができます。外径 1/32 インチカラム（SP-013）、外径 360µm カラム（SP-015）には専用の“フェラル”がそれぞれに 2 個ずつ付属しています。これらのコネクターは、カラムをナノボームに取り付るのに便利で、6000psi まで使用可能です。

6000psi 以上の高圧で充填する場合は、CE-004 Column-to-Nanobaume コネクターが必要になります。詳細については 9.1 をご覧ください。上記以外のサイズのカラムで、1/32 インチ以下であれば、チュービングスリーブアダプターを使用すれば取り付けが可能です。TS-015 アダプターキットには、外径 125 ～ 495µm カラムの各サイズにつきアダプターが 2 個付属しています。外径 1/32 インチ以上のカラムに関しては、別途お問い合わせください。

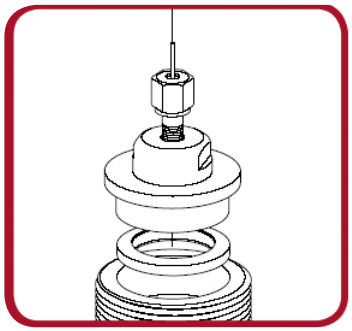


図 6.4 キャップシールを本体に取り付ける

6.2　キャップロック（SP-400-01）を反時計回りに回して緩め、キャップシール（SP-400-02）を取り外します。

6.3　カラムの開口側をフェラルと SP-014 ナット（または CE-004）に通します。6.1 に記載したように、チュービングスリーブを使用する場合は、カラムを初めにスリーブに通し、次にナットとフェラルに通します（図 6.3 を参照）。後でカラムの位置を調整するので、ナットはキャップシール（SP-400-02）のポートに手締めするだけにしておきます。

6.4　カラムを装着したら、O- リング（SP-300-03）が正しく装着されているかを確認し、キャップシールをパッカー本体（SP-400-05）に装着します（図 6.4）。先ず、カラムがバイアルの底につくまで挿入し、それからバイアルの底にある撹拌バーが十分に回転するように 3 mm ほど引き上げます。CE-004 でパッカー本体と接続使用している場合は、指定の深さまで挿入してください。この場合は、調整の必要はありません。

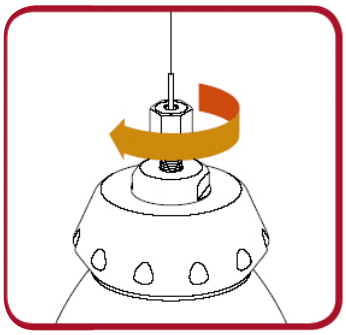


図 6.6 ナットを締める

6.5　キャップロックをカラムの上側からパッカー本体に取り付けます。圧力がかかると O– リングが膨張し、キャップロックではなくシールが締まるので手締めするだけにします。**強く締めすぎないように注意してください。**

6.6　ナットをしっかりと締めてカラムをキャップシールに固定します。必要に応じてレンチを 2 本使用し、ナットをさらに締めます。特に、高圧充填する場合は手締めした後にレンチで 1/4 回転ほど回して締めることをお勧めします。ナットを強く締めすぎるとフェラルがキャップシールのポートの中に深く入り込んでしまうことがあります。フェラルが入り込んでしまった場合はカラムを抜き、ピンセット（または他のツール）をキャップシールの下側から入れ、力を入れてフェラルを押し出します。この際、キャップシールのカラム取り付け口を傷つけないように注意してください。

7　カラムを充填する

注：液体を充填する場合は、バイアルのシリカスラリーの懸濁に使用した溶媒と同じものを充填の際にご使用ください。

注：充填の用意が完了したら、必ず標準付属のプラスチック保護カバーを 4 ページの図のように正しく装着して加圧してください。

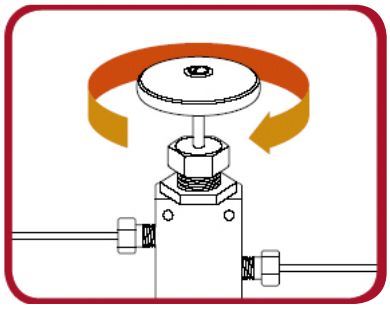


図 7.2 バルブを閉める

7.1 カラムを装着した本体を、マグネティックスターラーに乗せてプラスチック保護カバーを装着し、マイクロ攪拌バー（SP-085）が回るようにします。HPLC ポンプもしくは圧供給源を始動させます。

7.2 圧供給元のバルブ (SP-050) をゆっくり締めて、本体にかかる圧を増加させます (図 7.2 を参照)。特に圧力テストを行なう場合は、システムカラムから空気を追い出して溶媒で満たします。急激に圧を上昇させるとバイアルが破損します。

7.3 安定圧に達する流速に設定してください。背圧および流速の関連性を理解するには経験を要することから、初めて充填する時の圧は 2000 psi で行なうよう推奨しています。スラリーの充填が進むに連れて圧が上昇します。ポンプの流速を低下させて、6000 psi の最大圧を超えないようにしてください。

7.4 圧ゲージを見ながら安定圧のレベルを確認してください。安定圧に達するとこの時点でカラムの充填が終わりますが、シリカベッドは安定していません。シリカベッドが安定するまで少なくとも 60 分間、圧をかけ続けてください。十分量のカラム樹脂を充填させるのに、高圧で 8 時間かかることもあります。

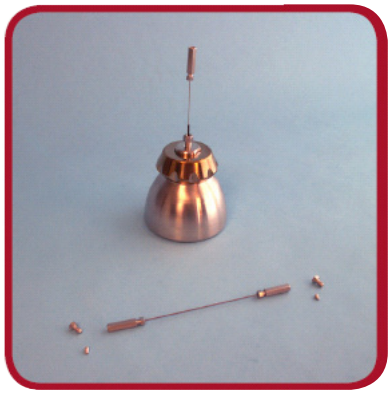


図 8.4 本体に取り付けたキャップシール

8 カラムの取り外しおよび充填完了

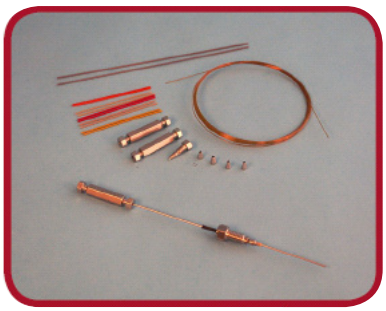
8.1 ポンプを停止し、3 方向バルブ（SP-050）からシステム圧を抜きます。

8.2 手締めナットを緩めて（反時計回りに 2 回転）キャップシールからカラムを取り外します。カラムを慎重に手締めナットから抜き取ります。高圧アダプター（CE-004）を使用している場合は、それをキャップシールに取り付けたままにしてカラムだけを取り外します。

8.3 カラムの開口している側に、適したカラムエンドフィッティングを取りつけます（9-1 参照）。

8.4 新たに充填したカラムを HPLC に取り付け、適した溶媒を流します。これでカラム充填が完了し、使用準備が整いました（図 8.4）。

注：カラム充填の再現性、カラム効率（理論段数を得た場合）、カラムの選択性、テーリングの原因のいずれについても保証致しかねます。現段階では、カラム充填は非常に高度な実験手技と言えます。



CE-005 高圧用アダプターキット

警 告：

高圧で充填することは特に危険を伴います。推奨値以上の圧（液体：6000 psi）をかけないようにしてください。超臨界流体の製造には使用しないでください。また、ガスによる加圧は行なわないでください。

充填の用意が完了したら、必ず標準付属のプラスチック保護カバーを正しく装着して加圧してください。

高圧用エンドフィッティングアッセンブリー

9. 概要

9.1 1/32 インチ OD 以下のカラムを、SP-400 シリーズ本体に接続して充填する際には CE-005 キットを使用してください。適した径の Peeksill™ カラムやフューズドシリカカラムに同キットを使用すると、液体であれば最大 9000 psi で充填することが可能です。同キットには組立て済みの Column-To-Nanobaume コネクション（CE-004）が 1 個、パッキングフリットと交換用フェラルで構成された CE-300 エンドフィッティングが 2 個、1/32 インチと 360µmOD のサンプルカラム、プレッシャーテスティングプラグ、フューズドシリカカラム用アダプターが付属しています。

10. CE-500 キットおよび CE-300 高圧用エンドフィッティングの使用法

10.1 パッキング中、CE-003 がシリカベッドを保持します。液体のパッキングであれば 9000 psi まで耐え、ボイドボリュームは 27 nl です。SP-089 ユニオンをはじめ、ステンレス製のナットとフェラル各 2 個、SP-088 ステンレス製フリットで構成されています。このフェラルは再使用することはできません。

10.2 CE-003 は外径 1/32 インチの PEEKsil カラム用に製造されているので、それより外径の小さいフューズドシリカカラムを使用する場合は、TS-015 に含まれている外径 1/32 インチ PEEK チュービングスリーブを併用する必要があります。

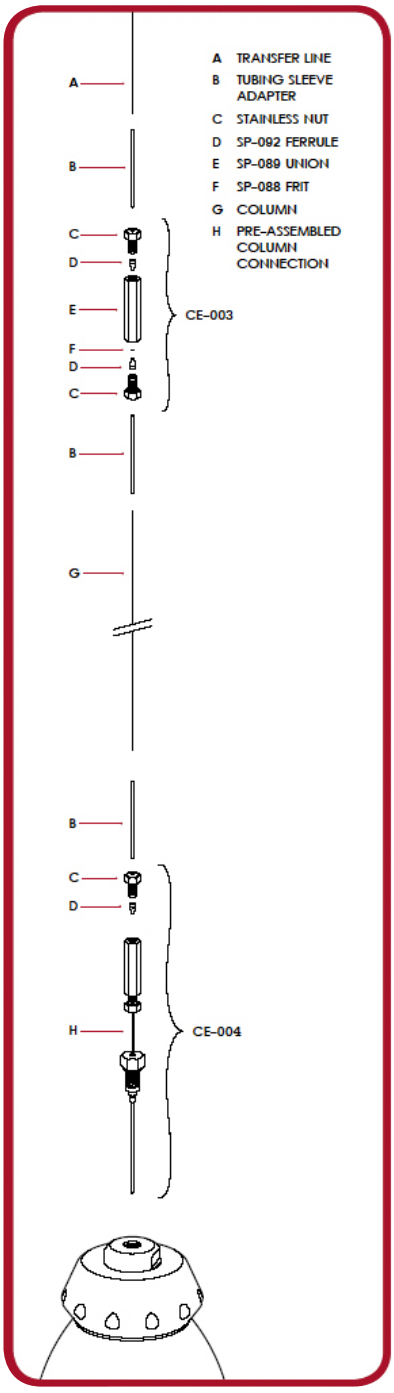
パーツ番号	色	対応するカラムの OD	個数
SP-069	黄	125 ～ 165µm	2
SP-070	白	150 ～ 190µm	2
SP-073	赤	225 ～ 265µm	2
SP-075	白	325 ～ 365µm	2
SP-076	オレンジ	455 ～ 495µm	2

10.3 パッキングを開始する前に、まず CE-003 の片方からナットと SP-092 フェラルを取り出してください。

10.4 SP-088 フリットを、SP-089 ユニオンの穴に挿入します。外径 1/32 インチのチュービングを使用して、フリットをそのポートの底に収めます。ナットとフェラルを元に戻し、ユニオンのフリットを挿入した方に印を付けておきます。

10.5 1/32 インチチュービング（カラム）にフェラルとナットを通して、ユニオンのフリットの取り付けてある方（10.4 で印を付けた方）に挿入します（TS-015 のアダプターを使用する場合は、そのフューズドシリカカラムをスリーブに通します）。ナットを手締めします。カラムの挿入した先がフリットとぴったり並ぶようにしないと、デッドボリュームが生じます。それを防ぐには、カラムを SP-089 ユニオンの方向に押しながらレンチでナットをさらに 1/2 回転させて締めます。SP-089 ユニオンのカラムのついていない方に、図のようにトランスファーラインを付けてパッキングすることもできます。

10.6 CE-004 の Column-To-Nanobaume の一方には SP-089 ユニオンが装着されています。そこに取り付けられているナットとフェラルを取り外して、本体のキャップシールにその反対側のエンドフィッティングを取り付けます。手締め後、レンチで 1/2 回転させます。



CE-005 組立ての詳細

10.7 10.6 で取り外した CE-003 のナットとフェラルの何も取り付けいない側にカラムを挿入してください。ナット、次いでフェラルの順番です(必要に応じて TS-015 のアダプターを利用します)。それを CE-004 に挿入して締めます。デッドボリューム生じさせないように、カラムを押しながらさらに 1/2 回転追い締めします。

10.8 充填剤をカラムに充填する前に、何も充填していないカラムに最高圧をかけて試験します。**注：先ず空のカラムに溶媒を流して中の空気をパージしてください。**カラム上部からナットとフェラルを取り外し（排出側)、プラグ（SP-094）を取り付けます。適した溶媒を使用し、プラスチック保護カバーを立てて、限界圧力を少し下回るところまでカラムにゆっくりと圧をかけていきます。溶媒が漏れるようなら、0 まで減圧して、接続部を締めなおします。安定圧力が維持されるまで、この操作を繰り返します。

10.9 各自の方法に沿ってカラムを充填します。

10.10 パッキングが終了したら CE-004 からカラムを外します。CE-004 はそのままにしておきます。これで、ナットと SP-092 がカラムに完全に取り付けられてカラムの一部となります。付属品の別の CE-003 エンドフィッティングの SP-089 ユニオンの片方にフリットを挿入し、取り外したカラムの開口側をユニオンのフリット側に取り付けます。手締めした後レンチで 1/2 回転追い締めします。これでカラムを使用していただけます。

11. CE-005 および CE-003 に関する安全性と注意点

11.1 超臨界流体の製造には使用しないでください。またここに記載されている限界圧を超えないようにしてください。初めにカラムを液体でパージし、中の空気を抜いてください。充填時に低濃度であっても侵食性の溶媒を使用した場合は、使用後に弱溶剤で装置を洗浄するようにしてください。充填時には必ずプラスチック保護カバーをお使いください。

SP-400/403K NANOBAUME 取扱説明書　　（1 WES0002/0）

2009 年　4 月　　第 1 版

発行　エムエス機器株式会社

東京　〒 162-0805 東京都新宿区矢来町 113 番地　　TEL:03-3235-0661（代）

大阪　〒 532-0005 大阪市淀川区三国本町 2 丁目 12 番 4 号　　TEL:06-6396-0501（代）

福岡　〒 812-0054 福岡市東区馬出 1 丁目 2 番 23 号　　TEL:092-631-1012（代）

※この取扱説明書の記載の仕様及び付属品の種類、内容を予告なく変更させて頂くことがあります。

※この取扱説明書の一部または全部を無断で複写、複製、転載することは禁じられています。